

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/00785

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>6</sup> D01F9/127

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> D01F9/127

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 4-222228, A (Central Glass Co., Ltd.), 12 August, 1992 (12. 08. 92), All references (Family: none)	1-18
A	JP, 3-174018, A (Hyperion Catalysis International Inc.), 29 July, 1991 (29. 07. 91), All references & EP, 205556, B & US, 5877110, A & DE, 3588016, T	1-18
A	JP, 1-213412, A (Tokai Carbon Co., Ltd.), 28 August, 1989 (28. 08. 89), All references & US, 5020169, A & GB, 2208593, B & FR, 2628619, B	1-18

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

 Date of the actual completion of the international search  
18 May, 1999 (18. 05. 99)

 Date of mailing of the international search report  
1 June, 1999 (01. 06. 99)

 Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



E P



P C T

国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)  
[P C T 1 8 条、P C T 規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 P 3 P 9 9 0 2 2	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(P C T / I S A / 2 2 0) 及び下記 5 を参照すること。	
国際出願番号 P C T / J P 9 9 / 0 0 7 8 5	国際出願日 (日.月.年) 2 3 . 0 2 . 9 9	優先日 (日.月.年) 2 7 . 0 2 . 9 8
出願人 (氏名又は名称) 元 島 栖 二		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条 (P C T 1 8 条) の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☒ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条 (P C T 規則38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。



## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/J P 99/00785

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>6</sup> D01F9/127

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>6</sup> D01F9/127

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P, 4-222228, A (セントラル硝子株式会社) 12. 8 月. 1992 (12. 08. 92), 全文献 (ファミリーなし)	1-18
A	J P, 3-174018, A (ハイピリオン・カタリシス・インタ ーナショナル・インコーポレイテッド), 29. 7月. 1991 (29. 07. 91), 全文献&EP, 205556, B&US, 5877110, A&DE, 3588016, T	1-18
A	J P, 1-213412, A (東海カーボン株式会社) 28. 8 月. 1989 (28. 08. 89), 全文献&US, 502016 9, A&GB, 2208593, B&FR, 2628619, B	1-18

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

18. 05. 99

国際調査報告の発送日

01.06.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

真々田 忠 博

4 S

8 2 1 6

電話番号 03-3581-1101 内線 3472





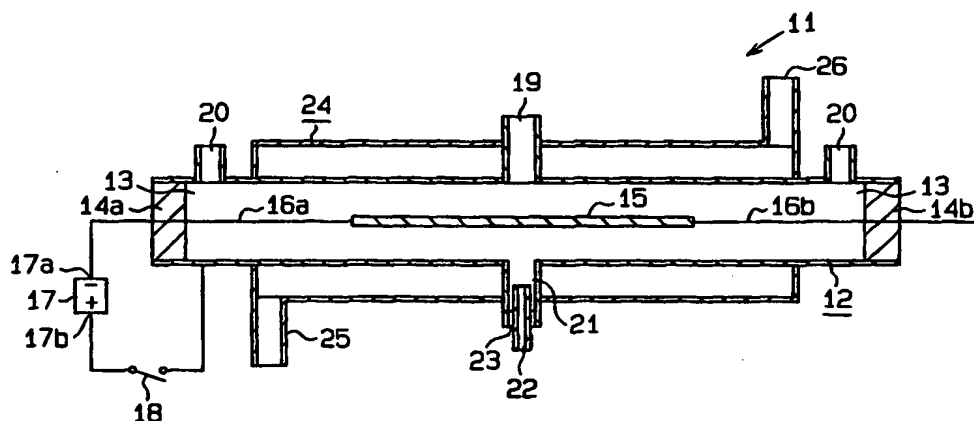
PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類 D01F 9/127</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/43877</p> <p>(43) 国際公開日 1999年9月2日(02.09.99)</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/00785</p> <p>(22) 国際出願日 1999年2月23日(23.02.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/47686 1998年2月27日(27.02.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 株式会社 電子物性総合研究所(ELECTRON PROPERTY RESEARCH INSTITUTE CO., LTD.)(JP/JP) 〒501-3303 岐阜県加茂郡富加町羽生2146番地の2 Gifu, (JP)</p> <p>(71) 出願人; および</p> <p>(72) 発明者 元島栖二(MOTOJIMA, Seiji)(JP/JP) 〒502-0813 岐阜県岐阜市福光東1丁目23-23 Gifu, (JP)</p> <p>(72) 発明者; および</p> <p>(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 井戸勝富(IDO, Katsutomi)(JP/JP) 〒501-3303 岐阜県加茂郡富加町羽生2146番地の2 株式会社 電子物性総合研究所内 Gifu, (JP) 丹羽禎輔(NIWA, Teisuke)(JP/JP) 〒504-0035 岐阜県各務原市那加宮浦町21 Gifu, (JP)</p>		<p>(74) 代理人 弁理士 恩田博宣(ONDA, Hironori) 〒500-8731 岐阜県岐阜市大宮町2丁目12番地の1 Gifu, (JP)</p> <p>(81) 指定国 CN, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>

(54)Title: METHOD AND APPARATUS FOR MANUFACTURING CARBON FIBER COILS

(54)発明の名称 炭素繊維コイルの製造方法及びその製造装置



(57) Abstract

A method and an apparatus for manufacturing a carbon fiber coil by heating in a reaction chamber (12) a raw gas which produces solid carbon when it is thermally decomposed, and a catalyst gas for promoting the thermal decomposition of the raw gas, wherein a solid catalyst (15) is disposed in a predetermined position in the reaction chamber (12) with the raw gas and catalyst gas supplied to the reaction chamber (12), the interior of the reaction chamber (12) being heated so as to grow a carbon fiber coil from the raw gas, an electromagnetic field based on this heating operation not being substantially formed in the reaction chamber during the same heating operation.

(57)要約

熱分解されて固体炭素を生成する原料ガスと、その原料ガスの熱分解を促進する触媒ガスとを反応チャンバ（１２）内で加熱することにより炭素繊維コイルを製造する製造方法及び製造装置。反応チャンバ（１２）内の所定位置に固体触媒（１５）が配置され、反応チャンバ（１２）に原料ガス及び触媒ガスが供給される。原料ガスから炭素繊維コイルを成長させるために反応チャンバ（１２）内が加熱される。加熱時には、その加熱に基く電磁場が反応チャンバ（１２）内に実質的に形成されることはない。

PCTに基づいて公開される国際出願のパムフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサオ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TM	トルクメニスタン
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	ML	マリ	TR	トルコ
CA	カナダ	HR	クロアチア	MN	モンゴル	TT	トリニダード・トバゴ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MR	モーリタニア	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MX	メキシコ	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	US	米国
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MY	マレーシア	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IN	インド	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IS	アイスランド	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CJ	キューバ	IT	イタリア	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	JP	日本	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェッコ	KE	ケニア	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
		KR	韓国	RU	ロシア		



## 明細書

## 炭素繊維コイルの製造方法及びその製造装置

## 発明の分野

本発明は、例えば電磁波吸収材、マイクロセンサー及びマイクロメカニカル素子の材料として使用される炭素繊維コイルの製造方法およびその製造装置に関する。

## 従来技術

従来より、螺旋状に延びる炭素繊維（炭素繊維コイル）が有用な新素材として研究されている。炭素繊維コイルは化学気相蒸着（CVD）法で製造されている。CVD法とは、気体の原料から薄膜状あるいは粒子状の固形物を化学反応により合成する方法である。CVDでは金属触媒を使用することが多い。

超微粒子からなる金属触媒は基材の表面に担持されている。基材は円筒形の反応チャンバ内の所定位置に配置される。反応チャンバはその両端に開口を有し、その周面に複数の流入口を有する。原料ガス及び触媒ガスが対応する流入口から反応チャンバ内に流入される。さらに不活性ガスも反応チャンバ内に流入される。反応チャンバの外面のほとんどは電熱線を有する加熱器により覆われている。

炭素繊維コイルを製造する際には、開口はシール部材により閉塞される。加熱器による反応チャンバの直接的な加熱により、反応チャンバ内の温度が所定の値に達すると、原料ガスが熱分解される。すると、金属触媒粒子の作用により、基材表面に螺旋状の炭素繊維が生成する。炭素遷移が螺旋状に生成する理由は、金属触媒の触媒活性が異方性を有するためである。すなわち、触媒活性の大きい部位では炭素繊維は速く成長し、触媒活性の小さい部位では炭素繊維はゆっくり成

長する。そのため、炭素繊維はカールしながら螺旋状に成長する。

ところが、従来の炭素繊維コイルの製造方法では、反応チャンバは電熱線を有する加熱器により直接的に加熱されていた。そのため、電熱線による電磁場が反応チャンバの内部に生成し、反応チャンバ内に流入された原料ガスや金属触媒が電磁場中にさらされる。その結果、所望の螺旋状の炭素繊維が収率よく得られず、直線状の繊維が生成したり、粉末、堅い塊あるいはシート状の炭素が生成したりする。電磁場下で炭素繊維コイルが生成した場合であっても、その炭素繊維は偏平状の断面を有することが多い。このため、炭素繊維コイルは十分な強度（例えば引張り強度）を有さない。さらに、得られる炭素繊維コイルのコイル径は大きく、コイル長は短かった。

#### 発明の概要

本発明の第1の目的は炭素繊維コイルを高い収率で生成可能な炭素繊維コイルの製造方法及びその装置を提供することにある。第2の目的は、十分な強度、小さなコイル径、及び長いコイル長を有する炭素繊維コイルの製造方法及びその装置を提供することにある。

上記の目的を達成するために、本発明は熱分解されて固体炭素を生成する原料ガスと、その原料ガスの熱分解を促進する触媒ガスとを反応チャンバ内で加熱することにより炭素繊維コイルを製造する製造方法を提供する。該製造方法は前記反応チャンバ内の所定位置に固体触媒を配置する工程と、前記反応チャンバに前記原料ガス及び触媒ガスを供給する工程と、前記原料ガスから炭素繊維コイルを成長させるために、前記反応チャンバ内を加熱する工程とを含む。該加熱工程では、該加熱工程に基く電磁場は前記反応チャンバ内に実質的に形成されない。従って、所望の寸法を有する炭素繊維コイルが製造できる。

又、本発明は炭素繊維コイルの製造装置を提供する。その製造装置は原料ガス及び触媒ガスが供給される反応チャンバと、反応チャンバ内の所定位置に配置された固体触媒と、反応チャンバ内を加熱するための加熱装置とを備えている。反応チャンバには流入口を介して原料ガス及び触媒ガスが供給される。原料ガスは熱分解されて、固体炭素を生成する。触媒ガスは原料ガスの熱分解を促進する。加熱装置が反応チャンバ内を加熱すると、原料ガスの熱分解により炭素繊維コイルが成長する。加熱装置は加熱時に前記反応チャンバ内に電磁場を実質的に形成しない。

### 図面の簡単な説明

本発明の新規であると思われる特徴は、特に、添付した請求の範囲において明らかとなる。以下に示す現時点における好ましい実施態様の説明を、添付した図面とともに参照することにより、本発明が目的及び利点とともに理解されるであろう。

図 1 は本発明の第 1 実施形態の炭素繊維コイルの製造装置を示す断面図。

図 2 は第 2 実施形態の炭素繊維コイルの製造装置を示す断面図。

### 好適な実施形態の詳細な説明

#### 第 1 実施形態

以下に本発明の第 1 実施形態について詳細に説明する。まず、図 1 に示す炭素繊維コイルの製造装置 11 について説明する。製造装置 11 は円筒状の反応チャンバ 12、基材 15 及び加熱チャンバ 24 を有する。反応チャンバ 12 は石英、アルミナ、セラミックス材料、金属管の内面をセラミックスライニングした材料、またはニッケル、タングステン及びチタンのような耐熱性金属材料から製造される。石英は触媒活性が低く、望ましくない副反応が起こりにくいいため好ましい材料である。

反応チャンバ 1 2 の内径は 3 0 ～ 1 5 0 mm の範囲にあることが好ましい。基材 1 5 の表面に原料ガス及び触媒ガスを効率良く流すために、反応チャンバ 1 2 の内径は 3 0 ～ 6 0 mm の範囲にあることがさらに好ましい。第 1 実施形態では、反応チャンバ 1 2 の内径は 6 0 mm、全長は 1 0 0 0 mm である。反応チャンバ 1 2 はその両端に開口 1 3 を有している。各開口 1 3 は所定温度の耐熱性を有する材質により形成された第 1、第 2 シール部材 1 4 a、1 4 b によりそれぞれ閉塞されている。

四角平板形の基板 1 5 はニッケルを主成分とするの焼結体又はグラファイトから形成されている。基板 1 5 の表面には、粉末状の金属触媒が塗布されている。炭素繊維コイルは金属触媒の表面で生成する。第 1、第 2 接続線 1 6 a、1 6 b は基板 1 5 の両端に接続されている。第 1 接続線 1 6 a は第 1 シール部材 1 4 a を貫通し、反応チャンバ 1 2 の外部の直流電源 1 7 に接続されている。第 2 接続線 1 6 b は第 2 シール部材 1 4 b を貫通し、その先端は解放されている。第 1、第 2 接続線 1 6 a、1 6 b により、基板 1 5 は反応チャンバ 1 2 の内壁に接触しないようにフローティング状態で支持されている。

直流電源 1 7 の負端子 1 7 a は第 1 接続線 1 6 a を介して基板 1 5 に接続されている。プラス端子 1 7 b は反応チャンバ 1 2 に接続されている。電源スイッチ 1 8 は直流電源 1 7 のプラス端子 1 7 b と反応チャンバ 1 2 の間に配置されている。スイッチ 1 8 がオンされると、直流電圧が直流電源 1 7 から基板 1 5 に印加される。このとき、反応チャンバ 1 2 内の基板 1 5 の表面は負に帯電するため、基板 1 5 の周囲には負の電場が形成される。炭素繊維コイルの収率を向上させるために、直流電源 1 7 の電圧は 1 0 ～ 3 0 0 0 V の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは 1 0 0 ～ 1 0 0 0 V の範囲である。特に好ましくは 1 0 0 ～ 7 5 0 V の範囲である。

触媒としては、遷移金属及びその化合物が使用可能である。遷移金属の化合物は金属酸化物、金属炭化物、金属硫化物、金属リン化物、金属炭酸化物及び金属炭硫化物を含む。ニッケル、チタン及びタングステン等の遷移金属、又はそれらの金属と酸素との固溶体、金属酸化物、金属炭化物、金属硫化物、金属リン化物、金属炭酸化物又は金属炭硫化物が好ましい。その中でも、ニッケルが特に好ましい。触媒としてニッケルを使用した場合、好ましい寸法を有する炭素繊維コイルが生成される。これはおそらく、触媒活性及び形状に関して、ニッケルの結晶面が適切な異方性を有しているためと推測される。触媒の形状は触媒活性を有するものであれば、特に問われない。例えば、粉末状、板状及び粉末を焼結して得た板状をなすもの、金属粉末あるいは板材の表面を所定条件下で酸化、炭化、リン化、炭酸化あるいは炭硫化処理したものを使用できる。好ましい触媒の形状は平均粒径が  $5\ \mu\text{m}$  程度の微粉末又はその微粉末からなる焼結板である。金属触媒が微粉末の場合には、基板 15 上へ散布又は塗布しても良い。

炭素繊維コイルの寸法、すなわちコイル径、コイルピッチ及びコイル長さは、金属触媒の各結晶面における触媒活性の異方性や金属触媒の粒径に依存する。そのため、触媒活性の異方性に変化が生じると、炭素繊維コイルの寸法は変化する。例えば、金属触媒の粒径が小さいほどコイル径は小さくなる傾向にある。

円筒形の流入口 19 が反応チャンバ 12 の外周面に形成されている。炭素繊維コイルを製造する時には、原料ガスを含む混合ガスが流入口 19 から流入される。混合ガスには、炭素繊維コイルの炭素源となる原料ガス、コイルの成長を促進させる触媒ガス、及びバランスガスが含まれる。バランスガスは酸素ガス等の炭素繊維コイルの成長を阻害する因子を除去するために必要に応じて使用される。

原料ガスには熱分解して炭素を生成するガス、例えばアセチレン、メタン、プロパンあるいは一酸化炭素が使用される。炭素繊維を好ましい寸法の螺旋形に成

長ささせるには、アセチレンが好ましい。

触媒ガスには周期律表の第15族及び第16族元素を含むガス、例えば硫黄、チオフェン、メチルメルカプタン、硫化水素、リン、三塩化リンが使用される。これらのうち、炭素繊維コイルの収率を向上させることができるという点から、チオフェン及び硫化水素が好ましい。

バランスガスの混合割合は流入口19を流通するガスの合計量に対して20～30容量%に調整されている。

好ましい流入口19の内径は、流入口19から流される原料ガス、触媒ガス及びバランスガスの流量及び流速を所定範囲に保持するために、5～50mmの範囲にである。さらに好ましくは5～20mmの範囲である。なお、第1実施形態では、流入口19の内径は10mmである。

原料ガス、触媒ガス及びバランスガスの流速は、炭素繊維コイルの収率を向上させるために、適切に調節されなければならない。各ガスの流速を流入口19を1分間に流れる線速度で示した場合、室温、1気圧における好ましい線速度の合計値は100～3000cm/分の範囲である。さらに好ましい線速度の合計値は200～1500cm/分の範囲である。特に好ましい線速度の合計値は300～1000cm/分の範囲である。

流入口19の出口と基板15との距離は、炭素繊維コイルの収率を向上させるために、所定範囲内に保たれなければならない。流入口19の出口と基板15との距離が短いほど、炭素繊維コイルの収率は向上する。しかし、流入口19の出口と基板15との距離が1mm未満又は100mmを越えると、炭素繊維コイルを全く得ることができず、代わりに炭素粉末又は直線状の炭素繊維のみが析出す

る。そのため、好ましい距離は1～100mmの範囲である。さらに好ましい距離は10～25mmの範囲である。

炭素繊維コイルの収率を向上させるために、流入口19の出口と基板15との距離と、室温、1気圧における各ガスの流速の合計値とは密接な関係にある。流入口19の出口と基板15との距離が大きいほど、各ガスの好ましい流速の合計値は大きくなる。例えば、流入口19と基板15との距離が1～20mmの場合、室温、1気圧における流入口19を通過する各ガスの線速度の合計値は、400～800cm/分に設定される。その距離が5～40mmのときは、線速度の合計値は800～1200cm/分であり、その距離が10～100mmのときは、線速度の合計値は1200～1500cm/分に設定される。

炭素繊維コイルの収率を向上させるために、流入口19と基板15との間の距離（単位cm）と、室温、1気圧の条件下における原料ガスの線速度（cm/分単位）との比率は、 $1/10000 \sim 1/10$ に設定される必要がある。好ましい比率範囲は $1/2000 \sim 1/10$ である。特に好ましい範囲は $1/500 \sim 1/100$ である。

反応雰囲気中における触媒ガスの濃度は炭素繊維コイルの成長に影響する。触媒ガスの濃度が0.01容量%未満又は5容量%を越えると、炭素繊維コイルの成長させることが困難になる。好ましい濃度は0.01～5容量%の範囲である。さらに好ましい濃度は0.1～0.5容量%の範囲である。

一對の円筒形の注入口20が反応チャンバ12の両端近傍の周面に形成されている。バランスガスは注入口20を通過して反応チャンバ12内に注入される。バランスガスを反応チャンバ12内に注入することにより、例えば酸素ガスのようなこの化学反応に不要な化合物がバランスガスに置換される。これにより、余

分な化学反応あるいは望ましくない影響が炭素繊維コイル生成反応に引き起こることを防止できる。バランスガスとして、窒素、ヘリウムのような反応に関わる物質と反応しない不活性ガスあるいは水素ガスが使用される。

反応チャンバ 12 の中央の周面において、流入口 19 の反対側に円筒形の流出口 21 が形成されている。流出口 21 内には排気管 22 が装着されている。耐熱材料製の第 3 シール部材 23 が排気管 22 の外面と流出口 21 の内面との間を塞いでいる。反応チャンバ 12 内に流入された原料ガス、触媒ガス、バランスガス及び反応後の廃ガスは排気管 22 を通過して反応チャンバ 12 から放出される。

加熱チャンバ 24 は反応チャンバ 12 のほぼ全体を覆っている。加熱チャンバ 24 は導入管 25 及び導出管 26 を有する。導入管 25 は加熱チャンバ 24 の左端の下部に形成され、導出管 26 は加熱チャンバ 24 の右端の上部に形成されている。図示しない熱源（例えばガス燃焼ボイラー）から熱風が導入管 25 を通って加熱チャンバ 24 内に送られる。熱風は加熱チャンバ 24 内を通過する際に反応チャンバ 12 を加熱する。それから熱風は導出管 26 から排出される。こうして、反応チャンバ 12 内の温度は所定値にまで上昇される。熱風の代わりに、液化天然ガス（LPG）等の燃焼ガス、あるいは所定温度を有する流体を熱媒体としてもよい。熱媒体として、例えば窒素、二酸化炭素、アルゴンが使用され得る。加熱により反応チャンバ 12 内を所定の温度にまで上昇させることにより、反応ガスが熱分解されてイオン化し、プラスの電荷を帯びた反応種となる。

反応温度が 700℃未満又は 830℃を越えると炭素繊維コイルの収率が急激に低下する。従って、炭素繊維コイルの収率を向上するためには、反応時における反応チャンバ 12 内の好ましい温度は 700℃以上 830℃以下である。さらに好ましい温度は 750℃以上 780℃以下である。



以下に、炭素繊維コイルの製造手順について説明する。

ニッケル粉末が塗布された基板 15 を接続線 16 a, 16 b の支持により反応チャンバ 12 内の所定位置に配置する。このとき、基板 15 は流入口 19 の出口から所定距離だけ離間している。第 1、第 2 シール部材 14 a, 14 b が反応チャンバ 12 の対応する開口 13 を塞ぐ。

その後、流入口 19 から原料ガスとしてアセチレンが、触媒ガスとしてチオフェンが、及びバランスガスとして水素ガスが同時に反応チャンバ 12 に流入される。この混合ガスは基板 15 の表面に接触しながら移動する。その後、混合ガスは排気管 22 を介して流出口 21 から外部へ流出する。さらに一對の注入口 20 からは窒素ガスがバランスガスとして注入される。各ガスは反応が終了する時まで流され続ける。

電源スイッチ 18 をオンにし、基板 15 に直流の負電圧を印加する。すると基板 15 の周囲には負の電場が生じる。さらに、図示しないガス燃焼ボイラーから熱風が加熱チャンバ 24 に送り込まれる。反応チャンバ 12 内の温度が上昇すると、原料ガスが励起され、CVD 反応が進行する。すると、基板 15 の表面、より詳しくは金属触媒の表面の結晶成長点にて、炭素繊維が成長しはじめる。反応チャンバ 12 内の温度を 750℃ に維持した状態で 2 時間反応を行った。

CVD 反応を生じさせるための反応系には、ニッケル（金属触媒）、炭素（原料）、水素、少量の硫黄又はリン（触媒ガス）、及び反応チャンバ 12 内にわずかに残留した酸素が存在している。これらの 5 元系からなる反応系は基板 15 に印加された負電圧により、負の電場内にある。アセチレンの励起により生じた反応種はプラス電荷を有するため、基板 15 の表面、すなわちニッケル触媒の表面に効率良く誘導される。触媒の表面に接触した反応種はそこで熱分解される。その

結果、わずかの不純物（少量の硫黄と微量の酸素）を含む炭化ニッケル（ $\text{Ni}_3\text{C}$ ）の結晶が形成する。この炭化ニッケル（ $\text{Ni}_3\text{C}$ ）の結晶の寿命は短く、速やかにニッケルと炭素に分解する。この熱分解反応がニッケル触媒の表面で繰り返し進行することにより、炭素が拡散し、炭素繊維が成長する。

ニッケル触媒の触媒活性は異方性を有している。触媒活性の大きい部位では炭素繊維は速く成長し、触媒活性の小さい部位では炭素繊維はゆっくり成長する。これにより炭素繊維はカールしながら成長する。このとき、得られる各炭素繊維コイルはほぼ円形の断面を有する。

炭素繊維コイルの成長は同じ触媒結晶の隣接した結晶面でもほぼ同時に進行すると考えられる。つまり、炭素繊維は隣接した結晶面から異なる方向に螺旋形延びていく。そのため、隣接した結晶面から延びる2つの炭素繊維コイルは触媒結晶の位置にて連結された二重螺旋コイルのように成長する。炭素繊維コイル生物のデオキシリボ核酸（DNA）に類似した構造を有するため、いわゆるコスモミメティックカーボンマイクロコイルと称すべきものである。

反応チャンバ12はガス燃焼ボイラーにより発生した熱風により加熱されるため、反応チャンバ12内に電磁場は形成されない。そのため、反応種がその電磁場に影響されることにより生じる直線状の炭素繊維、炭素粉末、堅い炭素塊又は炭素シートの析出は防止される。その結果、炭素繊維コイルの収量は増加する。

基板15に担持された金属触媒に負の電荷が作用するため、正に帯電した反応種が触媒表面に接触しやすくなる。すると、触媒活性の異方性が有効に作用するため、所望のコイル径の炭素繊維コイルが効率良く得られる。これにより、望ましくない反応に無駄に消費されるアセチレン量が低減される。従って、一定量の炭素繊維コイルを得るために必要なアセチレンの量は低く抑えることができ、未

反応のアセチレンが再利用できるようになる。

第1実施形態によれば以下の効果が発揮される。

反応チャンバ12は、加熱チャンバ24に供給される熱風によって加熱される。そのため、反応チャンバ12は外部からの電磁場にさらされない。従って、電磁場による悪影響、すなわち炭素繊維の直線的な成長、炭素の粉末状、堅い塊及びシート状の成長が抑制される。そのため、製造された全炭素物質中に対する炭素繊維コイルの割合が増加する。その結果、炭素繊維コイルの収率は向上する。

炭素繊維コイルは断面円形状に成長する。そのため、断面扁平状の炭素繊維コイルに比べ、その機械的強度、例えば引張り強度は向上する。炭素繊維コイルを実用化した場合、その製品の強度等の性質を向上させることができる。

反応チャンバ12の加熱は、ガス燃焼ボイラーにより発生した熱風が反応チャンバ12の外周面の加熱チャンバ24を通過することにより、行なわれる。そのため、反応チャンバ12内は均一にかつ容易に加熱される。

基板15に直流電圧が印加され、基板15付近には負の電場が形成される。そのため、加熱励起によりプラスに帯電した反応種が効率良く触媒表面に誘導される。その結果、触媒表面に誘導されずに副反応を起こすアセチレンの量は減少し、製造コストは低減される。加えて、ニッケルを触媒としたので、その表面における触媒活性の異方性が有効に作用し、コイル径が小さく、かつコイル長さの長い炭素繊維を成長させることができる。

基板15には直流電圧が印加される。そのため、交流電圧を基板15に印加した場合、つまり基板15がプラスとマイナスに交互に帯電する場合と比較して、

反応種をより効率良く触媒表面に誘導することができる。その結果、触媒表面に誘導されずに副反応を起こすアセチレンの量は減少し、製造コストはより一層低減される。副反応を起こすアセチレンの量が減少するので、未反応のアセチレンを再利用することができる。その結果、炭素繊維コイルの全体的な収率が向上する。

第1実施形態の炭素繊維コイルの製造方法により得られた炭素繊維コイルは断面円形状で強度が高く、かつ、コイル径が小さく、かつコイルの長さが長いため、電磁波吸収材、マイクロマシーン、マイクロデバイス等に利用することができる。

原料ガス、触媒ガス及びバランスガスの流速の合計値を適切な範囲、それを、線速度で示した場合、室温、1気圧の条件下で100～3000cm/分の範囲、に設定した。これにより、炭素繊維コイルは効率良く確実に成長する。

流入口19の出口と基板15との距離は、流入口19から流される原料ガスの流速に対して、適切な範囲の比率に設定されている。すなわち、距離をcm単位で表わし、原料ガスの流速を線速度（cm/分）で表わした場合、その距離は線速度の1/10000～1/10の範囲に設定されている。そのため、流入口19と基板15との距離に応じて、ガスの流速を調節することにより、炭素繊維コイルを効率良くかつ確実に成長させることができる。

## 第2実施形態

次に第2実施形態について、第1実施形態と異なる点を中心に説明する。

図2に示すように、第2実施形態の炭素繊維コイルの製造装置11は第1実施形態とはほぼ同様である。第2実施形態では、反応チャンバ12の加熱方法が第1実施形態と異なる。さらに、基板15には直流電圧は印加されない。

耐熱用のアスベスト 27 が反応チャンバ 12 の外周に取り付けられている。5 基のプロパンバーナー 28 が反応チャンバ 12 の下方に配置されている。各プロパンバーナー 28 は反応チャンバ 12 の長手方向に沿って所定の距離だけ離間している。これにより、反応チャンバ 12 全体は均一に、所定温度にまで加熱される。

炭素繊維コイルを製造すべく、第 1 実施形態と同様の混合ガス原料を反応チャンバ 12 に導入し、5 基のプロパンバーナー 28 により反応チャンバ 12 を加熱した。そして、750℃で2時間反応を行った。このとき、基板 15 に電圧は印加されず、負の電場は形成されていない。その結果、炭素繊維のほとんどは螺旋状に成長した。

以下の実施例及び比較例に基き、上記の各実施形態をより具体的に説明する。

#### 実施例 1

実施例 1 では、5 基のプロパンバーナー 28 を使用する第 2 実施形態の製造装置 11 と同様の装置を用いて、炭素繊維コイルを合成した。炭素繊維コイルの製造は上述した手順に従って行なった。

横置きされた長さ 1000 mm、内径 60 mm の透明石英製の反応チャンバ 12 を使用した。ニッケル触媒粉末が塗布された基板 15 を反応チャンバ 12 内の所定位置に配置した。この時、基板 15 と流入口 19 の出口との間の距離は 20 mm であった。反応チャンバ 12 の両端の開口 13 を第 1 シール部材 14 により閉塞した。

アセチレン、チオフエン及び水素ガスを流入口 19 から反応チャンバ 12 に流入させた。このとき、各ガスの流速はそれぞれ、アセチレン 80 cm/分、チオ

フェン 1 cm/分、水素ガス 250 cm/分、窒素ガス 130 cm/分であった。各ガスの流速（線速度）の合計値は 461 cm/分であった。さらに、窒素ガスを一對の注入口 20 から反応チャンバ 12 に流入させた。その後、プロパンバーナ 28 の加熱により反応チャンバ 12 内の温度を 750℃ にまで上昇させた。この状態を 2 時間維持し、炭素繊維コイルを製造した。

炭素繊維コイルの全収率、アセチレンの反応率、長い（10 mm 以上）炭素繊維コイルの収率、及び短い（10 mm 未満）炭素繊維コイルの収率を算出した。さらに、未反応アセチレンを回収してアセチレンを 100% 反応させたと仮定した場合の炭素繊維コイルの理論収率も算出した。得られた炭素繊維コイルのコイル径、コイルの断面形状及びその引張り強度を測定した。

炭素繊維コイルの全収率は、導入したアセチレン中の炭素重量（g）に対する炭素繊維コイルの重量（g）から算出した。長い炭素繊維コイルの収率は導入したアセチレン中の炭素重量（g）に対する長い炭素繊維コイルの重量（g）から算出した。短い炭素繊維コイルの収率は導入したアセチレン中の炭素重量（g）に対する短い炭素繊維コイルの重量（g）から算出した。排出されたガス中の未反応アセチレンの量をガスクロマトグラフィー分析法により求め、式（1）を用いてアセチレンの反応率を算出した。理論収率は式（2）に従って計算した。各収率は実施例 2～5 及び比較例 1～2 についても同様に算出した。

反応率(%) =

$$\frac{\text{原料のアセチレン中の炭素重量(g)} - \text{未反応のアセチレン中の炭素重量(g)}}{\text{原料のアセチレン中の炭素重量(g)}} \times 100 \quad \cdots (1)$$

$$\text{理論収率(\%)} = \text{炭素繊維の合計収率(\%)} \times \frac{100(\%)}{\text{アセチレンの反応率(\%)}} \quad \cdots (2)$$

得られた結果を表 1 に示す。

表 1

アセチレンの反応率	20%
長い炭素繊維コイルの収率	15%
短い炭素繊維コイルの収率	2%
炭素繊維コイルの合計収率	17%
アセチレンが100%反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	85%

表1に示すように、アセチレンは20%反応した。炭素繊維コイルの収率は17%であった。その内、15%が長い炭素繊維コイルであった。未反応のアセチレンを回収してアセチレンを100%反応させたと仮定すると、炭素繊維コイルの理論収率は85%であった。従って、炭素繊維コイルはかなりの高収率で得られると推測される。

得られた炭素繊維コイルは非常に均一に螺旋状に巻回されたものであった。炭素繊維コイルのコイル径は2  $\mu$ mであり、その断面は円形状であった。炭素繊維コイルを長手方向に引っ張ると、元の長さの約5倍まで弾性的に伸長した。炭素繊維コイルの引張り強度は120～150 kg/mm<sup>2</sup>であった。

#### 比較例 1

比較例1では、バーナー28に換えて、ニクロム線を有する電熱加熱器を使用し、その電熱加熱器を反応チャンバ12の外周に配置した。その他の装置及び手順は実施例1と同様である。各収率及び反応率を算出した。その結果を表2に示す。

表 2

アセチレンの反応率	75%
長い炭素繊維コイルの収率	5%
短い炭素繊維コイルの収率	8%
炭素繊維コイルの合計収率	13%
アセチレンが100%反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	17%

表 2 に示すように、実施例 1 と比較して、アセチレンの反応率は高いにも関わらず、炭素繊維コイルの合計収率は低下した。これは、アセチレンは望ましくない副反応に多く消費されたと考えられる。長い炭素繊維コイルの収率よりも短い炭素繊維コイルの収率が高い。未反応のアセチレンを回収してアセチレンを 100% 反応させたと仮定した場合の炭素繊維コイルの理論収率は 17% であり、実施例 1 のそれよりも極端に低い。

得られた炭素繊維コイルの断面は偏平状であった。炭素繊維コイルを長手方向に引っ張ると、元の長さの約 3 倍にまで伸長したときに破断した。その引張り強度は 45 ～ 60 kg/mm<sup>2</sup> であった。

## 実施例 2

実施例 2 では、触媒ガスとして硫化水素を使用した。硫化水素は 0.6 cm/分の流速で反応チャンバ 12 内に流入された。その他の装置及び手順は実施例 1 と同様である。その結果を表 3 に示す。

表 3

アセチレンの反応率	30%
長い炭素繊維コイルの収率	20%
短い炭素繊維コイルの収率	5%
炭素繊維コイルの合計収率	25%
アセチレンが 100% 反応した場合の炭素繊維コイルの理論収率	83%

表 3 に示すように、実施例 2 では、触媒ガスをチオフェンから硫化水素に変更することによって、実施例 1 と比較して長い炭素繊維コイルの収率及び炭素繊維コイルの合計収率が向上した。未反応のアセチレンを回収してアセチレンを 100% 反応させたと仮定した場合の炭素繊維コイルの理論収率は 83% であり、第 1 実施例のそれ少し低いけれども、比較例 1 のそれよりもかなり高い。



## 実施例 3

実施例 3 では、触媒ガスとして三塩化リンを使用した。三塩化リンは 0.6 cm<sup>3</sup>/分の流速で反応チャンバ 12 内に流入された。その他の装置及び手順は、実施例 1 と同様である。結果を表 4 に示す。

表 4

アセチレンの反応率	35%
長い炭素繊維コイルの収率	20%
短い炭素繊維コイルの収率	8%
炭素繊維コイルの合計収率	28%
アセチレンが100%反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	80%

表 4 に示すように、第 3 実施例では、触媒ガスをチオフェンから三塩化リンに変更することによって、実施例 1 と比較して長い炭素繊維コイルの収率及び炭素繊維コイルの合計収率が向上した。未反応のアセチレンを回収してアセチレンを 100% 反応させたと仮定した場合の炭素繊維コイルの理論収率は 80% であり、少し低い。しかし、この理論収率は比較例 1 のそれに比べて依然高い。

## 実施例 4

実施例 4 では、基板 15 に 500 V の直流電圧を印加して、基板 15 に負の電場を形成した。その他の装置及び手順は実施例 1 と同様である。結果を表 5 に示す。

表 5

アセチレンの反応率	25%
長い炭素繊維コイルの収率	20%
短い炭素繊維コイルの収率	3%
炭素繊維コイルの合計収率	23%
アセチレンが100%反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	92%

表 5 に示すように、実施例 4 では、基板 15 に直流の電圧を印加することにより、長い炭素繊維コイルの収率、炭素繊維コイルの合計収率及び未反応のアセチレンを 100% 反応させた場合の収率がそれぞれ実施例 1 よりも向上した。

#### 実施例 5

実施例 5 では、基板 15 に 7000 V の交流電圧を印加して、基板 15 に交流の電場を形成した。その他の装置及び手順は実施例 1 と同様である。結果を表 6 に示す。

表 6

アセチレンの反応率	23%
長い炭素繊維コイルの収率	15%
短い炭素繊維コイルの収率	3%
炭素繊維コイルの合計収率	18%
アセチレンが 100% 反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	78%

表 6 に示すように、実施例 5 では、炭素繊維コイルの合計収率、アセチレンの反応率、長い炭素繊維コイルの収率及び短い炭素繊維コイルの収率は、実施例 1 とほぼ同じであった。しかし、未反応のアセチレンを 100% 反応させた場合の収率は実施例 1 よりも低下した。しかし、この理論収率は比較例 1 のそれに比べて依然高い。

#### 比較例 2

比較例 2 では、加熱手段として、ニクロム線コイルを有する電熱加熱器を使用した。さらに基板 15 に交流電圧を印加した。その他の装置及び手順は実施例 1 と同様である。結果を表 7 に示す。

表 7

アセチレンの反応率	93%
長い炭素繊維コイルの収率	5%
短い炭素繊維コイルの収率	17%
炭素繊維コイルの合計収率	22%
アセチレンが100%反応した場合の 炭素繊維コイルの理論収率	24%

表 7 に示すように、比較例 2 では、アセチレンの反応率が各実施例よりもかなり向上しているにも関わらず、炭素繊維コイルの合計収率は実施例 1 ～実施例 5 とほぼ同じであった。さらに、長い炭素繊維コイルの占める割合が低いことが示された。未反応アセチレンを回収し、アセチレンを 100% 反応させた場合の炭素繊維コイルの理論収率はかなり低い。つまり、比較例 2 ではアセチレンは望ましくない副反応に多く消費されていると考えられる。

第 1 及び第 2 実施形態は上記に限定されず以下のように変更してもよい。

反応チャンバ 12 を縦置きに設置してもよい。この場合、流入口 19 は水平方向に延び、基板 15 は流入口 19 の出口との間の距離を所定範囲に保ちながら垂直に配置される。また、反応チャンバ 12 を傾斜して設置してもよい。この場合、流入口 19 は斜めに延び、基板 15 は流入口 19 の出口との間の距離を所定範囲内に保ちながら傾斜した状態で配置される。反応チャンバ 12 の設置状態に関わらず、基板 15 上に炭素繊維コイルが形成する。

横置きの反応チャンバ 12 を数段積み上げ、各反応チャンバ 12 に原料ガス及び触媒ガスが流入するように、流入口 19 を反応チャンバ 12 の側面に設けてもよい。この場合、基板 15 の端部は流入口 19 に対向し、かつ流入口 19 出口から所定の距離だけ離れて配置される。この構成により、多量の炭素繊維コイルが一回の製造過程で効率良く製造される。

反応チャンバ 12 の外周に複数の流入口 19 を所定間隔をおいて設け、それに応じて、基板 15 を複数の流入口 19 に対向するように延長してもよい。この場合、炭素繊維コイルは一度に効率良く、大量に合成される。

高電圧の静電場を基板 15 に形成してもよい。例えば、高電圧静電場の発生装置を接続線 16 a を介して基板 15 に接続し、接続線 16 b の先端は解放された状態にする。この場合、基板 15 に静電場が形成されるので、炭素繊維コイルの収率は向上する。

第 1 実施形態の加熱チャンバ 24 を用いた熱風による加熱形式と、第 2 実施形態のプロパンバーナー 28 による加熱形式とを交互に切換えて使用できるようにしたり、併用してもよい。この場合にも、反応チャンバ 12 の外部からの電磁場による影響がないので、炭素繊維コイルの収率は向上する。

第 1 実施形態において、基板 15 に直流電圧を印加せずに炭素繊維コイルを合成してもよい。この場合、反応チャンバ 12 の外部からの電磁場による影響がないので、炭素繊維コイルの収率は向上する。

反応チャンバ 12 から離れた場所で電熱加熱を用いてガスを加熱し、加熱されたガスを反応チャンバ 12 の加熱に用いてもよい。この場合、反応チャンバ 12 の外部から電磁場は実質的に影響しないため、アセチレンの副反応は抑制され、炭素繊維コイルは効率良く製造される。

本発明の様々な実施例および実施形態を図面に関連付けて述べてきたが、本発明は上記したもの限定されず、添付した請求の範囲の記載およびその等価物の範囲内で変更可能である。

## 請求の範囲

1. 熱分解されて固体炭素を生成する原料ガスと、その原料ガスの熱分解を促進する触媒ガスとを反応チャンバ内で加熱することにより炭素繊維コイルを製造する製造方法であって、

前記反応チャンバ内の所定位置に固体触媒を配置する工程と、

、前記反応チャンバに前記原料ガス及び触媒ガスを供給する工程と、

前記原料ガスから炭素繊維コイルを成長させるために、前記反応チャンバ内を加熱する工程と、該加熱工程に基く電磁場は前記反応チャンバ内に実質的に形成されないことと

を含む炭素繊維コイルの製造方法。

2. 請求項1の炭素繊維コイルの製造方法において、前記触媒ガスは周期律表の第15族又は第16属元素を含む。

3. 請求項2の炭素繊維コイルの製造方法において、前記原料ガス及び触媒ガスは、前記反応チャンバに形成された流入口を介して、それぞれ所定の流速で前記反応チャンバ内に供給される。

4. 請求項3の炭素繊維コイルの製造方法において、前記原料ガスの単位時間当たりの供給量は、それを線速度 (cm/分) で表わした場合、前記流入口の出口と前記固体触媒との間の距離 (cm) の10～10000倍の範囲にある。

5. 請求項4の炭素繊維コイルの製造方法はさらに、前記固体触媒を帯電させるために、外部電源から該触媒に電圧を印加する工程を含む。

6. 請求項5の炭素繊維コイルの製造方法において、前記外部電源は直流電源で

あり、前記電圧は負電圧であり、前記固体触媒は負に帯電する。

7. 請求項4の炭素繊維コイルの製造方法において、前記反応チャンバは700℃～830℃の範囲の温度にまで加熱される。

8. 熱分解されて固体炭素を生成する原料ガスと、その原料ガスの熱分解を促進する触媒ガスと、前記原料ガス及び触媒ガスから炭素繊維コイルを製造する製造装置であって、

前記原料ガス及び触媒ガスが供給される反応チャンバと、該反応チャンバには流入口を介して前記原料ガス及び触媒ガスが供給されることと、

前記反応チャンバ内の所定位置に配置された固体触媒と、

前記原料ガスから炭素繊維コイルを成長させるために、前記反応チャンバ内を加熱するための加熱装置と、該加熱装置は加熱時に前記反応チャンバ内に電磁場を実質的に形成しないことと

を備えている炭素繊維コイルの製造装置。

9. 請求項8の炭素繊維コイルの製造装置において、前記固体触媒は前記流入口の出口に対向して配置され、このとき、該固体触媒と前記流入口の出口との間の距離（cm）は、前記流入口を流れる前記原料ガスの流入速度（cm/分）に対し $1/10000 \sim 1/10$ の範囲にある。

10. 請求項9の炭素繊維コイルの製造装置において、前記原料ガスはアセチレン、メタン及びプロパンのいずれか一つのガスを含む。

11. 請求項9の炭素繊維コイルの製造装置において、前記触媒ガスは周期律表の第15族及び第16属元素を有する触媒ガスを含む。

12. 請求項11の炭素繊維コイルの製造装置において、前記触媒ガスは硫黄、チオフェン、硫化水素、メチルメルカプタン、リン及び三塩化リンのいずれか一つのガスを含む。

13. 請求項10の炭素繊維コイルの製造装置において、前記触媒はニッケルの微結晶を含む。

14. 請求項8の炭素繊維コイルの製造装置において、前記反応チャンバは700℃～830℃の範囲の温度にまで加熱される。

15. 請求項14の炭素繊維コイルの製造装置において、前記加熱装置はバーナーである。

16. 請求項14の炭素繊維コイルの製造装置において、前記加熱装置は前記反応チャンバの周囲を覆う加熱チャンバ、及び該加熱チャンバと前記反応チャンバとの間に流される高温流体を含む。

17. 請求項8の炭素繊維コイルの製造装置はさらに、外部電源を有し、該電源は前記固体触媒に電圧を印加し、該固体触媒を帯電させる。

18. 請求項17の炭素繊維コイルの製造装置において、前記外部電源は直流電源であり、前記電圧は負電圧であり、前記固体触媒は負に帯電する。





Fig.1

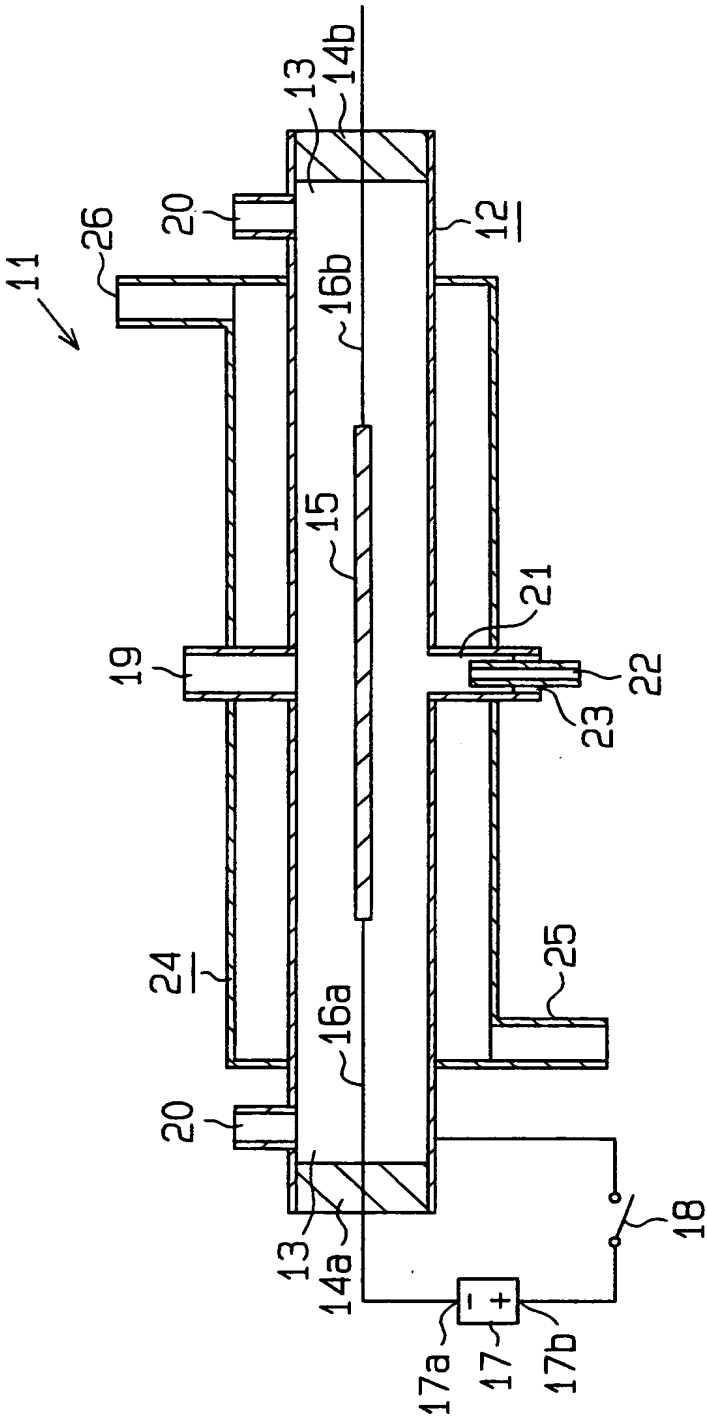




Fig. 2

